

DATATIONS $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ ET ^{14}C DE CONCRETIONS STALAGMITIQUES DE LA GROTTÉ SCLADINA

M. GEWELT ¹
H.P. SCHWARCZ ²
B.J. SZABO ³

I. INTRODUCTION

La grotte Scladina est l'objet de recherches pluridisciplinaires dont les premiers résultats ont été publiés par Otte *et al.* (1983), Otte (1984) et par Bastin *et al.* (1986). On trouvera dans ces publications et dans le reste de ce volume les éléments nécessaires à la compréhension du site : localisation, contexte archéologique et résultats des diverses disciplines, y compris les premières datations radiométriques.

L'objet de cet article est de présenter une synthèse des résultats des datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ et ^{14}C réalisées sur des concrétions stalagmitiques par trois laboratoires différents. Ce bilan s'appuie partiellement sur de nouvelles dates. Après la comparaison de 14 datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ effectuées par les trois laboratoires sur un même fragment de plancher stalagmitique, nous analyserons le cas d'un échantillon ayant fourni des dates en inversion stratigraphique. Pour terminer nous tenterons de replacer les datations en relation avec la stratigraphie et dégagerons les différentes phases de concrétionnement datées dans la grotte.

Les principes généraux de la méthode de datation par $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ sont décrits dans Ivanovich et Harmon (1982). La technique utilisée au CEN à Mol a été décrite par Gewelt (1985) et par Hurtgen *et al.* (1985). La correction des âges ^{14}C de concrétions stalagmitiques utilisée ici a été décrite dans Gewelt (1986) et dans Bastin et Gewelt (1986). Les âges moyens pondérés ont été calculés suivant la méthode décrite par Long et Rippeteau (1974).

II. COMPARAISON ENTRE LABORATOIRES : PLANCHER STALAGMITIQUE SCPL1

Quatorze analyses $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ ont été effectuées par H.P. Schwarcz (Mc Master Univ.), B.J. Szabo (USGS) et M. Gewelt (ULg et CEN/SCK) dans le plancher stalagmitique SCPL1. La localisation des échantillons datés est donnée sur la figure 1. Il s'agit d'un fragment de plancher stalagmitique remanié et prélevé dans la couche VIII de la terrasse.

¹ Laboratoire de Géomorphologie et de Géologie du Quaternaire, Université de Liège, Place du XX Août, 7, B-4000 LIEGE (Belgique) et CEN/SCK, Service de Métrologie Nucléaire, Section "Mesures des faibles Radioactivités", B-2400 MOL (Belgique).

² Dept. of Geology, Mc Master University, Hamilton, Ontario, Canada L8S 4M1.

³ U.S. Geological Survey, Denver, Colorado 80225. U.S.A.

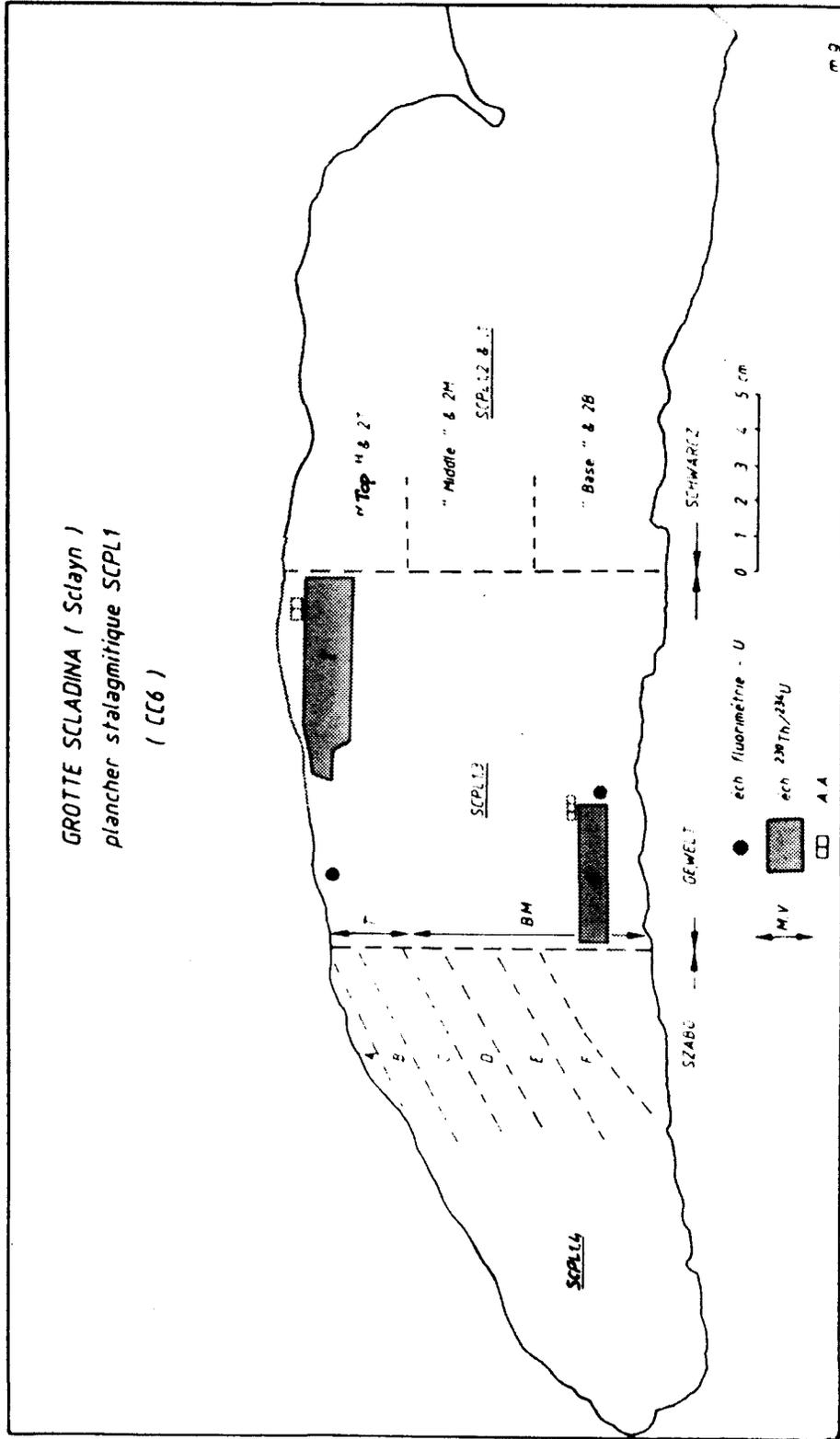


Figure 1 : Localisation et numérotation des échantillons datés par $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ dans le plancher stalagmitique SCPL1.
 A.A. = échantillon pour analyse des acides aminés
 M.V. = échantillon dissous pour la recherche des minéraux volcaniques.
 (D'après Gewalt, inédit).

Les résultats des analyses, reportés dans le tableau I, montrent une concordance générale entre les laboratoires. Il existe cependant des différences significatives qui doivent sans doute être attribuées à la non homogénéité du plancher stalagmitique qui paraît être partiellement recristallisé. Ceci est d'autant plus probable que des analyses réalisées par un même laboratoire (Mc Master) sur des parties aliquotes (SCPL1 TOP & 2T, SCPL1 Base & 2B) montrent des résultats significativement différents.

Sample N°	L	Distance from the top (mm)	[U] (ppm)	$^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$	$^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$	$^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$	Age $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ (ka)	Half life correct.	Location
SCPL1.4/A	(2)	0 - 3	0.504 ± 0.010	1.026 ± 0.017	76 ± 24	0.732 ± 0.018	141 ± 8		
SCPL1.4/B	(2)	3 - 11	0.704 ± 0.017	1.074 ± 0.015	150 ± 60	0.774 ± 0.031	157 ± 14		
SCPL1.4/C	(2)	11 - 23	0.702 ± 0.017	1.121 ± 0.022	84 ± 40	0.709 ± 0.022	129 ± 8		"Top"
SCPL1.3/T	(3)	6 - 20	0.499 ± 0.012	1.110 ± 0.038	162 ± 19	0.717 ± 0.022	136 ± 13		(132)
SCPL1 TOP	(1)	?	0.36	1.125 ± 0.034	12 ± 1	1.016 ± 0.055	>350		
SCPL1 2T	(1)	?	0.29	1.093 ± 0.037	223 ± 147	0.695 ± 0.028	126 ± 9		
SCPL1.4/D	(2)	23 - 33	1.46 ± 0.03	1.123 ± 0.017	240 ± 120	0.582 ± 0.013	93 ± 4		
SCPL1.4/E	(2)	33 - 48	1.35 ± 0.03	1.095 ± 0.017	130 ± 40	0.691 ± 0.016	124 ± 6		"Middle"
SCPL1 Mid	(1)	?	0.58	1.118 ± 0.024	21 ± 1	0.799 ± 0.027	160 ± 13		
SCPL1 2M	(1)	?	0.57	1.100 ± 0.022	287 ± 200	0.765 ± 0.020	151 ± 8		
SCPL1.4/F	(2)	48 - 58	1.52 ± 0.03	1.089 ± 0.016	37 ± 3	0.665 ± 0.015	116 ± 5		
SCPL1 Base	(1)	?	0.74	1.102 ± 0.024	159 ± 92	0.709 ± 0.035	130 ± 12		"Base"
SCPL1 2B	(1)	?	0.61	1.101 ± 0.030	102 ± 41	0.821 ± 0.033	177 ± 17		
SCPL1.3/B	(3)	73 - 81	0.826 ± 0.020	1.097 ± 0.038	173 ± 25	0.789 ± 0.026	166 ± 21		(162)

Tableau I : Comparaison des datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ du plancher stalagmitique SCPL1 (CC6, couche VIII). Analyses de : (1) = H.P. Schwarcz (Mc Master); (2) = B.J. Szabo (USGS); (3) = M. Gewalt (ULg et CEN/SCK).

Table I : $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ dating of flowstone SCPL1 (CC6, bed VIII, Scladina Cave). Analyses from : (1) = H.P. Schwarcz (Mc Master); (2) = B.J. Szabo (USGS); (3) = M. Gewalt (ULg and CEN/SCK).

On notera que les âges utilisés pour la comparaison n'ont pas été corrigés pour le ^{230}Th commun d'origine détritique. L'échantillon paraît d'ailleurs peu contaminé - en tout cas hors des couches externes - par des matières détritiques, les rapports $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ étant assez élevés ($^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ moyen des 14 analyses = 118 ± 75).

Pour cette comparaison, les âges $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ de M. Gewalt ont été recalculés en utilisant les mêmes périodes (Gascoyne, 1977) que celles en usage dans les deux autres laboratoires (Mc Master et USGS). Ces âges, utilisés pour le calcul des moyennes, sont fournis entre parenthèses dans le tableau I. Ils permettent bien sûr d'effectuer une meilleure comparaison des résultats, bien que l'utilisation des périodes actuellement admises (Nuclear Data Sheets, 1977) que l'un d'entre nous (M.G.) utilise d'habitude n'introduit qu'un léger vieillissement des âges $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$, par rapport à ceux calculés avec les périodes "traditionnelles". On trouvera ci-dessous les différentes périodes utilisées.

	Gascoyne (1977)	Nuclear Data Sheets (1977)
$T^{230}\text{Th}$:	75200 a	77000 a
$T^{234}\text{U}$:	247000 a	244500 a

L'examen du tableau I montre que les teneurs en uranium sont variables (de 0,29 à 1,52 ppm), probablement du fait de migrations de U. Certaines zones montrent une perte ou un gain d'uranium, ce qui induit respectivement un vieillissement ou un rajeunissement des âges $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$. Dans cette situation, il paraît réaliste de considérer la moyenne des âges obtenus sur l'ensemble de la hauteur du plancher comme la valeur de l'âge la plus représentative de la formation de la calcite. En excluant la valeur totalement discordante obtenue pour l'échantillon SCPL1 TOP (>350 ka), l'âge moyen du plancher s'établit à 138 ± 23 ka. La moyenne pondérée des 13 dates est égale à 121 ± 2 ka.

III. RESULTATS DES DATATIONS $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ ET ^{14}C REALISEES EN BELGIQUE

A Sclayn, le site d'entrée de grotte pose de façon aiguë le problème de la contamination de la calcite par des matières détritiques incorporées dans les concrétions. Ceci implique en général un vieillissement des âges $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$, car une partie de l'uranium et du thorium de la phase détritique passe dans la solution lors de la dissolution de la calcite. Plusieurs méthodes de correction ont été proposées (par exemple: Schwarcz, 1980; Ku et Liang, 1984), mais elles ne sont pas encore systématiquement appliquées par chaque laboratoire. Les résultats obtenus en Belgique par Gewalt sont reportés dans le tableau II. Pour la correction du thorium seul (tableau II), nous utilisons un rapport $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ initial = $1,003 \pm 0,224$ qui correspond à la moyenne mesurée dans les sédiments détritiques des couches 4 et 3 de la grotte (Gewelt, s.d.).

Les autres schémas utilisés (1 et 2) sont décrits dans Ku et Liang (1984). Leur application nécessite l'analyse séparée des résidus de la dissolution de la calcite.

Sample N°	[U] ppm	[Th] ppm	$^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$	$^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$	$^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$	Age ka	Corr. age ka	$(^{234}\text{U}/^{238}\text{U})_0$
SCPL841109	0.488	0.087	$1.100 \pm .036$	$8.7 \pm .38$	$0.491 \pm .016$	74.1 ± 5.1	$67 \pm 6(\tau^*)$	$1.123 \pm .047$
SC851108/T	0.773	0.102	$1.081 \pm .041$	$7.04 \pm .27$	$0.282 \pm .010$	36.7 ± 2.2	-	$1.090 \pm .046$
SC851108/M	0.937	0.071	$1.078 \pm .039$	$9.79 \pm .44$	$0.225 \pm .007$	28.3 ± 1.6	-	$1.085 \pm .043$
SC851108/B	1.232	0.060	$1.088 \pm .042$	$12 \pm .47$	$0.178 \pm .006$	21.7 ± 1.2	-	$1.093 \pm .045$
SCPL F17.4/C	0.323	0.024	$1.088 \pm .035$	29 ± 3	$0.642 \pm .021$	112 ± 10	$101 \pm 9(\tau^{**})$	$1.121 \pm .054$
SCPLE17/11D	0.353	0.062	$1.095 \pm .039$	15 ± 1	$0.777 \pm .025$	160 ± 19	$147 \pm 18(\tau^{**})$	$1.150 \pm .074$
SCCC4-H22	0.233	0.070	$1.044 \pm .035$	$8.4 \pm .27$	$0.792 \pm .024$	170 ± 21	$157 \pm 19(\text{TS})$	$1.079 \pm .067$
SCPL 1.3/T	0.499	0.007	$1.110 \pm .038$	162 ± 19	$0.717 \pm .022$	136 ± 14	$132 \pm 14(\text{T})$	$1.161 \pm .065$
SCPL 1.3/B	0.826	0.013	$1.097 \pm .038$	173 ± 25	$0.789 \pm .026$	166 ± 21	$162 \pm 21(\text{T})$	$1.155 \pm .075$
SCCC 8	0.356	0.583	$1.174 \pm .042$	$1.77 \pm .06$	$0.816 \pm .027$	174 ± 22	$130 \pm 18(\text{TS})$	$1.285 \pm .095$

Tableau II : Concentration en uranium et en thorium, rapports d'activités U et Th et âges $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ de concrétions stalagmitiques de la grotte Scladina. (Analyses : M. Gewalt, ULg et CEN/SCK).

Ages corrigés :

(T) = Correction périodes T230 et T234

(s) = Thorium seul, avec $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ initial = $1,003 \pm 0,224$;

(*) = Schéma 1 de Ku et Liang (1984);

(**) = Schéma 2 de Ku et Liang (1984).

Erreur sur la concentration en U : $\leq 0,033$ ppm.

Erreur sur la concentration en Th : $\leq 0,013$ ppm.

Table II : Uranium and thorium concentration, activity ratios and $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ ages of speleothems from Scladina cave. (Analyses : M. Gewalt, ULg and CEN/SCK).

Corrected ages :

(T) = Correction for half life T230 and T234

(s) = Initial Th only, with $(^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}) = 1.003 \pm 0.224$;

(*) = Scheme 1 (Ku and Liang 1984);

(**) = Scheme 2 (Ku and Liang 1984).

Error on U concentration : ≤ 0.033 ppm.

Error on Th concentration : ≤ 0.013 ppm.

Les résultats sont en concordance stratigraphique, sauf pour l'échantillon SC851108. Ils seront intégrés et analysés plus loin, avec les autres datations obtenues à Sclayn.

Trois datations ^{14}C ont été effectuées sur une stalagmite (Sst1) et un plancher stalagmitique (SCCC1/A) de la partie supérieure de la séquence sédimentaire de la grotte. Les résultats sont reportés dans le tableau III.

SAMPLE	LAB. N°	CONVENTIONAL ^{14}C AGE		CORRECTED ^{14}C AGE (BEDROCK DILUTION FACTOR : $q = 0.85 \pm 0.05$)		COMMENT
Sst1/F	MBN 269	1990 ± 80	BP	680 ± 500	BP	Top stalagmite
Sst1/A	MBN 268	4600 ± 90	BP	3290 ± 500	BP	Base stalagmite
SCCC1/A	MBN 357	8350 ± 115	BP	7040 ± 500	BP	Base flowstone

Tableau III : Datations ^{14}C de concrétions stalagmitiques de la grotte Scladina. (Analyses M. Gewelt, ULg et CEN/SCK). MBN = Mol, Section Low-Level Measurements, CEN/SCK.

Remarque : les âges ^{14}C conventionnels ont été calculés en utilisant le $\delta^{13}\text{C}$ moyen estimé des concrétions stalagmitiques ($-8 \pm 2\text{‰}$, Stuiver et Polach, 1977).

Table III : Radiocarbon ages of speleothems from Scladina cave (Analyses : M. Gewelt, ULg and CEN/SCK). MBN = Mol, Section Low-Level Measurements, CEN/SCK.

Note : Estimated average $\delta^{13}\text{C}$ of speleothems ($-8 \pm 2\text{‰}$, Stuiver and Polach, 1977) have been used for calculation of conventional ^{14}C ages.

La stalagmite Sst1 a été prélevée hors stratigraphie mais en place, à environ 15 m de l'entrée de la grotte. L'âge ^{14}C corrigé avec un facteur de dilution $q = 0,85$ et la palynologie ont montrés (Bastin et Gewelt, 1986) que la base de la stalagmite appartient au dernier tiers du Subboréal. L'âge ^{14}C corrigé du sommet de la concrétion a permis de rapporter le maximum atteint par *Fagus* au FIII des palynologues, classiquement situé en Belgique vers 700 BP.



Figure 2 : Coupe transversale dans le plancher stalagmitique SCCC1. Les prélèvements pour la datation ^{14}C (MBN 357) ont été effectués à la base du plancher, en éliminant soigneusement les cailloux de calcaire. (Photo M. Gewelt).

Le plancher stalagmitique SCCC1, prélevé *in situ* dans la partie supérieure de la coupe de la grotte (carré J26, vers -135 cm) incorpore de très nombreux fragments anguleux de calcaire (gélifractions) ainsi que quelques rares graviers roulés à la base (Fig. 2). Ces derniers éléments pourraient provenir de la couche inférieure. Les cailloux anguleux sont totalement enrobés de calcite stalagmitique. Il est dès lors probable que la chute des géli-fractions soit contemporaine de l'édification du plancher stalagmitique. Comme celui-ci s'est formé au début de l'Atlantique, ainsi que l'indiquent aussi bien les analyses polliniques (Bastin, communication personnelle) que son âge ^{14}C corrigé (7040 ± 500 BP), il faut admettre que la géli-fraction en période hivernale a été suffisamment intense durant cette période.

IV. UN CAS D'INVERSION STRATIGRAPHIQUE : PLANCHER STALAGMITIQUE SC851108

L'échantillon SC851108 provient d'un carottage électrique réalisé par M. Gewelt dans le plancher stalagmitique CC4 localisé dans le carré D10 à -350 cm (Fig. 3). Deux carottes ont été prélevées (A et B).

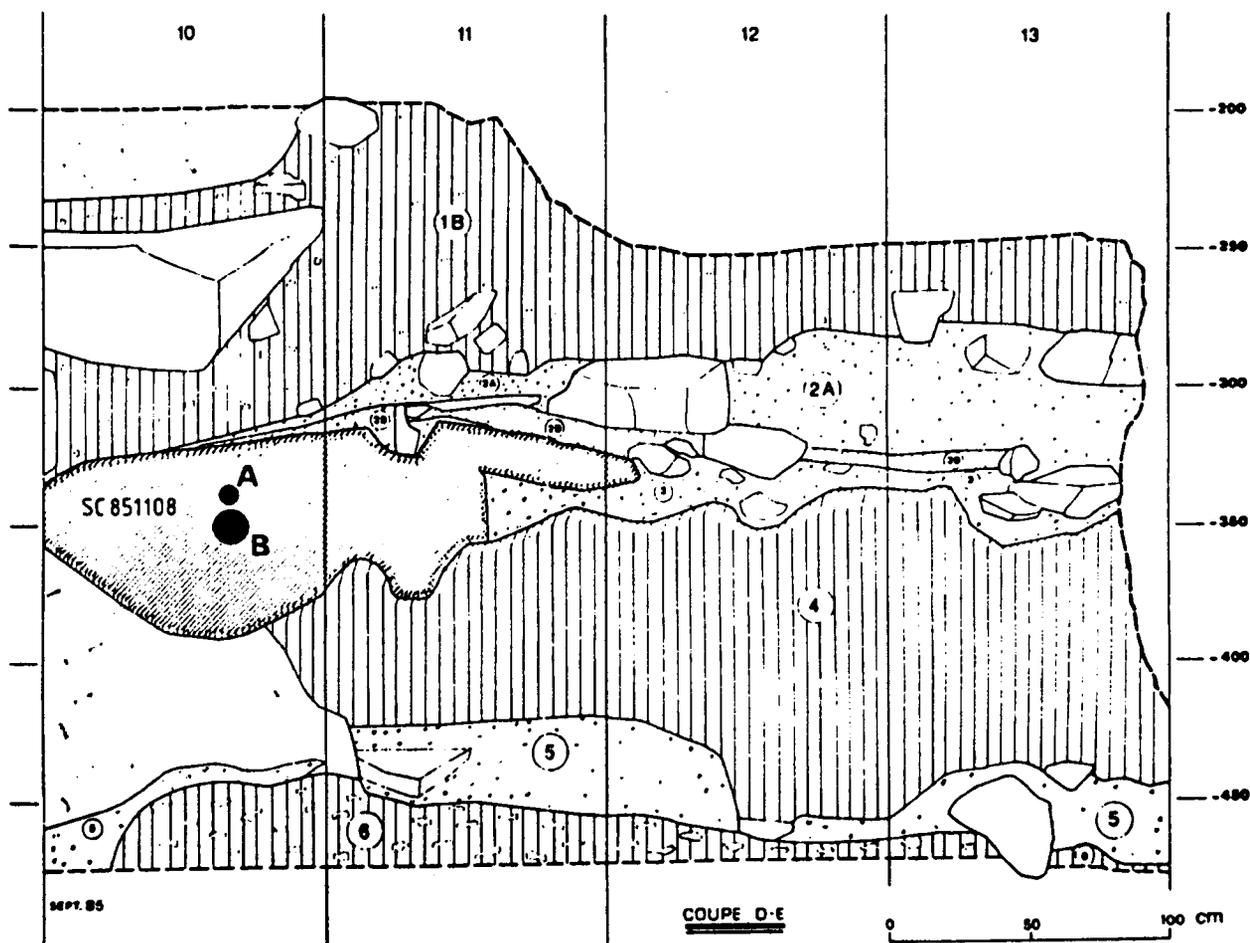


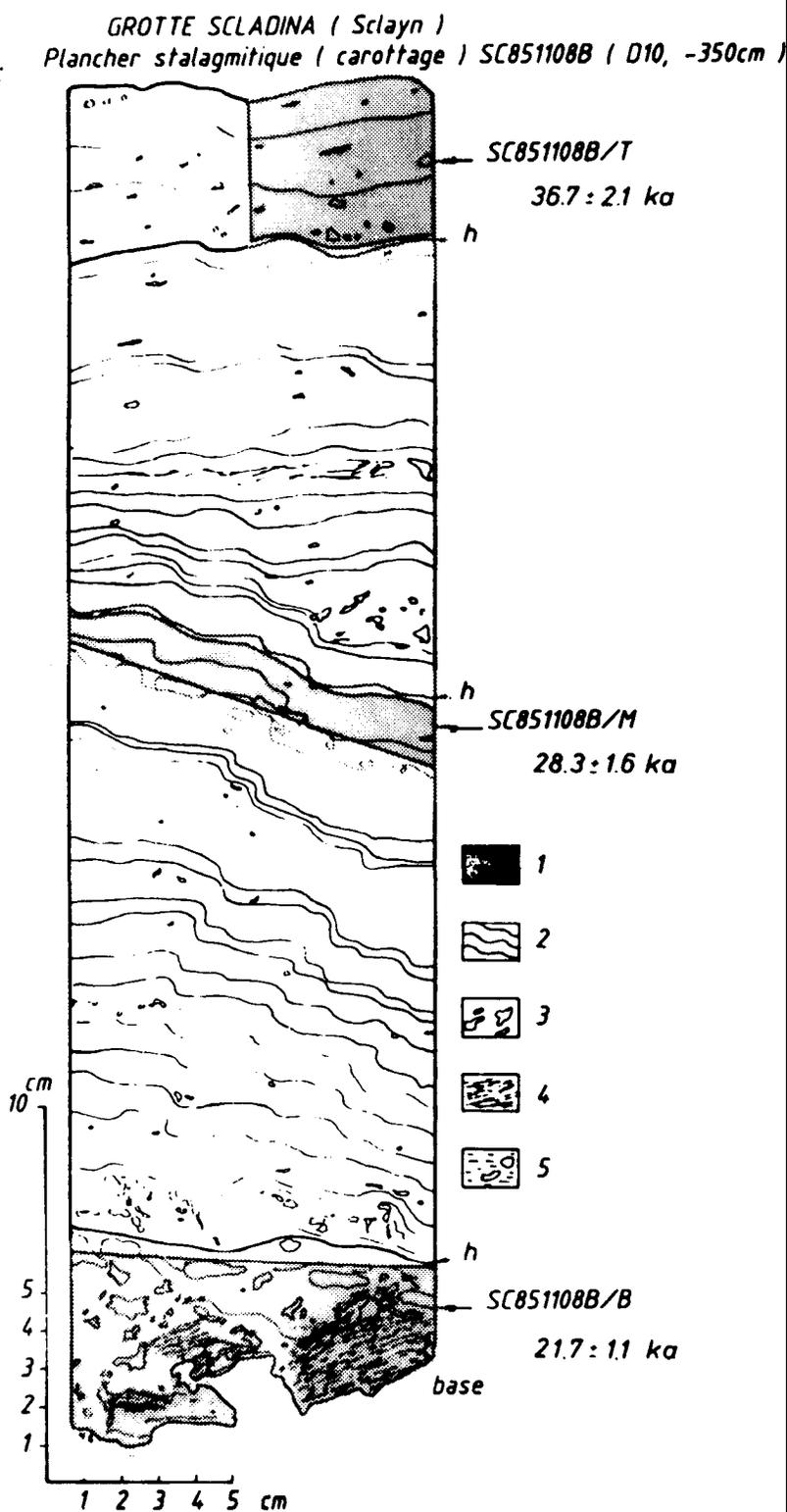
Figure 3 : Coupe D-E montrant la localisation des forages électriques (SC851108 A et B) dans le plancher stalagmitique CC4. (D'après un levé original au 1/10 de D. Mangon).

La carotte A (\varnothing 4,5cm) a été donnée à M. Aitken et J. Huxtable pour analyse par TL. Les 3 analyses Th/U ont été réalisées sur des échantillons de la carotte B (\varnothing 10cm) (Fig. 4), découpés à la base, au milieu et au sommet du plancher. En coupe longitudinale, le plancher montre une calcite partiellement recristallisée, poreuse, avec des vacuoles.

Figure 4 : Coupe longitudinale dans la carotte SC851108 B et localisation des échantillons datés par $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$. (D'après Gewalt, inédit).

Légende :

1. échantillon daté par $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$;
2. couches de croissance principales;
3. vacuoles et calcite poreuse;
4. calcite feuilletée;
5. sédiments limono-argileux et petits cailloux roulés;
- h. hiatus de croissance.



Les résultats des datations (Tableau II) indiquent que les âges sont en inversion stratigraphique. Ils diminuent du sommet vers la base. La concentration en uranium augmente du sommet vers la base. Ceci permet de pouvoir expliquer les inversions d'âge observées.

Une première hypothèse serait de considérer que l'échantillon se comporte comme un système ouvert, avec addition progressive d'uranium. L'uranium contenu dans les eaux de percolation (sans thorium) pourrait être absorbé par la calcite qui est ici très poreuse et montre des signes évidents de recristallisation. Cette addition d'uranium est plus importante dans la partie inférieure du plancher c'est-à-dire dans la calcite formée la première. Elle pourrait être favorisée par la présence de matière organique. Une addition d'uranium après la formation du plancher conduit à des âges calculés sur base du rapport d'activité $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ trop jeunes.

Une seconde hypothèse ferait intervenir une perte sélective d'uranium dans les couches supérieures (le thorium restant fixé) et son accumulation dans la partie inférieure du plancher stalagmitique. Cette hypothèse conduirait à obtenir des âges trop vieux au sommet et des âges plus jeunes à la base. Elle semble cependant devoir être écartée car l'analyse pollinique (Bastin *et al.*, 1986) indique que le plancher CC4 s'est formé durant le Saint-Germain 2. Les âges $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ obtenus sont donc trop jeunes d'environ 30-40 ka, même pour l'échantillon du sommet du plancher stalagmitique.

La coupe longitudinale (Fig. 4) de la carotte SC 851108B montre la présence de lits de sédiments détritiques interstratifiés dans la calcite. Certains d'entre eux, plus épais, paraissent témoigner d'hiatus de croissance. Les matières détritiques présentes dans la calcite sous forme de fines couches provoquent aussi une contamination par du ^{230}Th commun d'origine exogène (les rapports $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ varient de 7 à 12). Du fait du système ouvert, il paraît cependant illusoire de vouloir corriger les "âges" obtenus.

V. SUCCESSION DES GENERATIONS DE CONCRETIONNEMENT ET RELATION AVEC LA STRATIGRAPHIE

Dans les grottes belges étudiées jusqu'à présent, on ne trouve pas de concrétionnement entre 10 et 40 ka environ (observation basée sur 82 dates ^{14}C et 47 dates $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$: Gewalt, 1985, 1986 et s.d.). Bien qu'on ne puisse exclure totalement une formation de calcite en période froide (voir l'exemple de Castleguard Cave dans Atkinson, 1983), il paraît acquis qu'on puisse accorder une signification paléoclimatique à la formation des concrétions de grottes et tenter de corrélérer les périodes de formation avec la chronologie des enregistrements isotopiques des fonds marins (par ex.: Shackleton, 1969). Les nouvelles courbes de fréquence des datations ^{14}C et $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ publiées par Gewalt et Ek (1988) en apportent une confirmation supplémentaire. A Sclayn, sur base des datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ et ^{14}C , on peut provisoirement reconnaître les périodes de concrétionnement suivantes (Tableau IV).

CAVE

TERRACE

Bed	Sample	Date	Bed	Sample	Date
"Top" (Roof)	Stalagmite Sst1/F(top)	MBN269: 680 ± 500 BP (MG)			
	Sst1/A(base)	MBN268: 3290 ± 500 BP (MG)			
	Flowstone SCCC1/A(base) (J26)	MBN357: 7050 ± 500 BP (MG)			
	CC1	6 ± 4 ka (HPS)			
	82.210	< 36 ka (BJS)			
1A	82.246 (CC2)	60 - 40 ka (HPS)	IA		
1B			IB		
2B			III		
3	SC841109 (H16)	67 ± 6 ka (MG)	IV		
	Base C3: BC3	59 ± 3 (HPS)			
	(F17?) BC3	99 ± 4 (HPS)			
	BC3	106 ± 5 (BJS)			
		$\bar{X}_4 = 83 \pm 23$ ka (78±2)			
4	CC4 - E1710A	144 ± 8 (BJS)	V	fragments of	
	E1710A	95 ± 5 (HPS)		stalactites	
	E1710A	91 ± 4 (HPS)		81.148	71±7 (BJS)
	E1712A	104 ± 14 (HPS)		82.316	73±4 (BJS)
	E1713C	115 ± 8 (HPS)			
	E1711D	147 ± 18 (MG)			
	E1711D	102 ± 12 (HPS)			
		$\bar{X}_7 = 114 \pm 23$ ka (102±3)			
	CC4-F171A	87 ± 7 (HPS)			
	F172B	118 ± 10 (HPS)			
	F174B	108 ± 11 (HPS)			
	F174C	101 ± 9 (MG)			
	F174C	132 ± 7 (BJS)			
	F1711D	113 ± 14 (HPS)			
	F174E	114 ± 8 (HPS)			
		$\bar{X}_7 = 110 \pm 14$ ka (110±3)			
	CC4-H22 870225	157 ± 19 ka (MG)			
	CC4-D10- 851108/T	32 ± 2 ka? (MG)			
	(Core B) 851108/M	28 ± 2 ka? (MG)			
	851108/B	22 ± 1 ka? (MG)			
	82.369 (rounded fragment of stalagmite)	144 ± 14 ka (HPS)			
5			VB	CC5	10±1 ka? (HPS)
6			VI		
7A			VII		
7B			VIII	SCPL1	$\bar{X}_{13} = 138 \pm 23$ ka
				(CC6)	(121±2)
				(see table 1)	(BJS-HPS-MG)
			IX		
			X		
			XI		
			XII	SCCC8	130±18 ka (MG)

Table IV

Tableau IV : Datations des concrétions stalagmitiques de la grotte Scladina et relation avec la stratigraphie.

Analyses : H.P. Schwarcz-Mc Master (HPS);
B.J. Szabo-USGS (BJS);
M. Gewalt-ULg et CEN/SCK (MG).

- ? Les âges suivis d'un point d'interrogation sont en inversion stratigraphique (système ouvert).
- Les âges entre parenthèses sont des moyennes pondérées en utilisant des coefficients de pondération inversement proportionnels aux sigmas.
- Les âges ^{14}C sont corrigés en utilisant un facteur de dilution de l'activité ^{14}C initiale $q = 0,85 \pm 0,05$.

Table IV : Speleothems dates from Scladina cave in relation with stratigraphy.

Analyses : H.P. Schwarcz - Mc Master (H.P.S.)
B.J. Szabo - USGS (B.J.S.)
M. Gewalt - ULg and CEN/SCK (M.G.)

- ? : Dates followed by a question mark are in stratigraphic inversion and unreliable (open system).
- Ages between brackets are weighted averages, using a weighting inversely proportional to the sigmas.
- Radiocarbon dates are corrected with a bedrock carbonate dilution factor $q = 0.85 \pm 0.05$.

a) A la base (provisoire) de l'excavation de la terrasse, une concrétion non en place (CC8, couche XII) formée par une cimentation calcaire de sédiment détritique (45% de résidus insolubles, $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th} = 1,77 \pm 0,06$) a fourni un âge non corrigé de 174^{+25}_{-19} ka. En appliquant la correction pour le thorium seul, l'âge est ramené à 133^{+15}_{-13} ka (M. Gewalt, s.d.). Ceci place la formation de cette concrétion à la fin du stade isotopique 6 ou au début du 5e, ce qui est en accord avec les données de la palynologie. En effet, cette concrétion remaniée dans la couche XII peut éventuellement être du même âge qu'elle (Phase 1 début de l'Eemien : B. Bastin, communication personnelle), mais est plus probablement légèrement plus vieille.

b) Plancher stalagmitique non en place (SCPL1-CC6), retrouvé au sommet de la couche VIII de la terrasse, dont l'âge moyen non corrigé (138 ± 33 , 13 datations de Gewalt, Schwarcz et Szabo) place aussi cette concrétion à la fin du stade isotopique 6 ou plus probablement au début du stade 5e, si l'on considère l'âge moyen pondéré (121 ± 2 ka) calculé à partir des 13 dates.

Ce plancher non en place dans la couche fournit l'âge maximum de la mise en place des sédiments détritiques qui le renferment. Sa datation n'est donc pas en contradiction avec l'âge "éemien" attribué aux sédiments de la couche VIII par la palynologie (Bastin *et al.*, 1986).

c) Plancher stalagmitique CC4 en place dans la grotte, au sommet de la couche 4 (carrés E17 et F17).

Les 7 échantillons analysés dans chacun des 2 carrés indiquent que la calcite de ce plancher s'est formée entre 114 ± 23 et 110 ± 14 ka si l'on considère les âges moyens. La moyenne pondérée des dates obtenues sur les échantillons du carré E17 semble cependant indiquer un âge plus jeune (102 ± 3 ka). Ce plancher stalagmitique semble bien s'être formé durant le stade isotopique 5, mais il pose encore un problème d'interprétation. En effet, d'après la palynologie (Bastin *et al.*, 1986), le plancher stalagmitique CC4 aurait

probablement été formé vers la fin du Saint-Germain II (stade isotopique 5a) et dans ce cas les âges $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ obtenus seraient environ 20 ka trop vieux.

On rappellera aussi que le plancher CC4 prélevé dans le carré D10 (SC851108), proche de l'entrée de la grotte, a fourni 3 âges $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ beaucoup trop jeunes et en inversion stratigraphique, ce qui indique que ce plancher s'est comporté comme un système ouvert.

d) Fragments de stalactites dont deux datations de B.J. Szabo fournissent un âge voisin de 72 ka, indiquant un concrétionnement vers la fin du stade isotopique 5a. Cet âge serait trop jeune d'environ 10 ka, en comparaison avec la palynologie qui date du début du Saint-Germain II la couche V dans laquelle ont été trouvés ces fragments de stalactites.

e) Plancher stalagmitique CC3 apparemment en position de formation à la base de la couche 3 (SC841109 et F17BC3) dont l'âge moyen de 2 datations (Gewelt et Schwarcz) corrigées pour le ^{230}Th d'origine détritique avait été estimé à 61 ± 3 ka (Bastin *et al.*, 1986). De nouvelles analyses (Tableau II) semblent indiquer que la calcite s'est formée plutôt vers 83 ± 23 ka (moyenne de 4 datations de Gewelt, Schwarcz et Szabo).

L'âge moyen pondéré des 4 datations de CC3 s'établit à 78 ± 2 ka. Ces nouvelles données indiquent que le plancher s'est probablement formé durant le stade isotopique 5a plutôt que vers la fin du stade 4 ou du début du stade 3. Dans cette hypothèse, cette génération de concrétionnement correspondrait à celle des stalactites retrouvées dans la couche V de la terrasse. Des analyses palynologiques inédites (Bastin, communication personnelle) effectuées dans le plancher stalagmitique CC3 (identique à l'échantillon 841109) montrent un spectre pollinique très proche de la moyenne des spectres obtenus dans la stalagmite CC4 qui surmonte le plancher stalagmitique des carrés E17 et F17 (Bastin *et al.*, 1986). Le plancher stalagmitique CC3 se serait donc aussi formé pendant le Saint-Germain II, en accord avec l'âge moyen pondéré des 4 datations Th/U (78 ± 2 ka).

f) Une concrétion (CC2) de la couche 1A datée par H.P. Schwarcz témoigne d'une période de formation vers 50 ka, à rattacher au stade isotopique 3.

g) Au sommet, génération de calcite holocène, scellant la partie supérieure de la séquence. Elle est sans doute à mettre en relation avec une stalagmite récoltée hors stratigraphie, qui a été datée par ^{14}C entre 4600 ± 90 BP (MBN 268) et 1990 ± 80 BP (MBN 269). En corrigeant ces âges ^{14}C apparents pour une activité ^{14}C initiale de 85% (Gewelt, 1986; Bastin et Gewelt, 1986), la formation de cette stalagmite est ramenée entre 3290 et 680 BP environ.

La base d'un plancher stalagmitique (SCC1/A) a donné un âge ^{14}C corrigé de 7040 ± 500 BP (MBN 357) qui s'accorde bien avec l'âge du début de l'Atlantique que lui attribue la palynologie (Bastin, communication personnelle).

Une concrétion (CC1) datée par Schwarcz à 6 ± 4 ka et l'échantillon 82.210 (<36ka) daté par Szabo appartiennent sans doute aussi à cette génération de calcite holocène (stade isotopique 1).

On notera que les moyennes pondérées avec des coefficients de pondération inversement proportionnels aux sigmas privilégient les âges jeunes car la valeur de sigma est en général plus petite quand l'âge est jeune. Ce "rajeunissement" des âges moyens pondérés pourrait donc dans une certaine mesure contrebalancer l'influence de la contamination par du thorium exogène d'origine détritique.

VI. CONCLUSION

Les nombreuses datations radiométriques de concrétions ont permis de reconnaître jusqu'à présent des phases de concrétionnement stalagmitique pendant les stades isotopiques 1, 3, 5 et peut-être 6, posant quelques jalons importants dans la chronologie du remplissage de la grotte Scladina.

Malgré la bonne concordance générale des dates avec la stratigraphie, certains échantillons posent encore des problèmes d'interprétation. A côté des échantillons ne convenant pas à la datation (système ouvert de SC851108), on trouve des échantillons contaminés par des matières détritiques et dont les âges doivent être corrigés. On notera à ce sujet qu'une étude des rapports U et Th de sédiments d'une coupe de la grotte et des fractionnements entre les différents isotopes de U et de Th suivant la concentration de l'acide utilisé pour la dissolution des échantillons est en cours de réalisation (Atkinson et Gewalt). Elle pourrait permettre d'estimer quelles sont les corrections les plus appropriées à utiliser pour les calcites "sales".

REMERCIEMENTS

Les datations ont en partie été réalisées au CEN/SCK à Mol, dans le cadre de la Convention CEN-ULg, lors d'un stage effectué dans la section "Mesures des faibles Radioactivités" par l'un des auteurs (M.G.) qui a bénéficié de l'aide de MM. Koch, Hurtgen, Hofkens et Mermans.

BIBLIOGRAPHIE

- ATKINSON, T.C., 1983. Growth mechanisms of speleothems in Castleguard Cave, Columbia Icefields, Alberta, Canada. *Artic and Alpine Res.*, 15 (4) : 523-536.
- BASTIN, B. et GEWELT, M., 1986. Analyse pollinique et datation ^{14}C de concrétions stalagmitiques holocènes: apports complémentaires des deux méthodes. *Géographie Physique et Quaternaire*, 40 (2): 185-196.
- BASTIN, B., CORDY, J.-M., GEWELT, M. et OTTE, M., 1986. Fluctuations climatiques enregistrées depuis 125 000 ans dans les couches de remplissage de la Grotte Scladina (Province de Namur, Belgique). *Bull. Assoc. Franç. Et. Quat.*, 1986 1/2 : 168-177.
- GASCOYNE, M., 1977. Uranium series dating of speleothem : an investigation of technique, data processing and precision. *Tech. Memo, 77-4*, Dept. of Geology, Mc Master Univ., Hamilton, Ontario, Canada : 117 p.
- GEWELT, M., 1985. Cinétique du concrétionnement dans quelques grottes belges : apport des datations ^{14}C et $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$. *Ann. Soc. Géol. Belg.*, 108 : 267-273.
- GEWELT, M., 1986. Datations ^{14}C de concrétions de grottes belges: vitesses de croissance durant l'Holocène et implications paléoclimatiques. In : PATERSON, K. and SWEETING, M. (eds), *New Directions in Karst*. Proceed. Sympos. Oxford 1983. Geo Books, Norwich : 293-322.
- GEWELT, M., s.d. *Apports géomorphologiques et paléoclimatiques des datations ^{14}C et $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ des concrétions stalagmitiques*. Th. Doct. Sc. Univ. Liège (en préparation).
- GEWELT, M. et EK, C., 1988. Les concrétions carbonatées des grottes : Aperçu synthétique. *Ann. Soc. Géol. Belg.*, 111 (1) : 9 - 19.
- HURTGEN, C., GEWELT, M. et HOFKENS, K., 1985. A new radiochemical procedure for U-series dating of speleothems. Karlsruhe Int. Conf. on Analytical Chemistry in Nuclear Technology. Abstract + 8 p.
- IVANOVICH, M. et HARMON, R.S., (eds.), 1982. *Uranium series disequilibrium. Applications to environmental problems*. Clarendon Press, Oxford : 571 p.
- KU, T.L. et LIANG, Z.C., 1984. The dating of impure carbonates with decay-series isotopes. *Nuclear Instruments and Methods in Phys. Res.*, 223 : 563-571.
- LONG, A. et RIPPETEAU, B., 1974. Testing contemporaneity and averaging radiocarbon dates. *American Antiquity*, 39(2) : 205-215.
- NUCLEAR DATA SHEETS, 1977. Academic Press. New-York - London, 21(4).
- OTTE, M., 1984. Sol d'occupation du Paléolithique moyen aux grottes de Sclayn (Belgique). *L'Anthropologie*, 88 (1) : 115 - 117.
- OTTE, M., LEOTARD, J.-M., SCHNEIDER, A.-M. et GAUTIER, A., 1983. Fouilles aux grottes de Sclayn (Namur). *Helinium*, 23 : 112-142.
- SCHWARCZ, H.P., 1980. Absolute age determination of archaeological sites by uranium series dating of travertines. *Archaeometry*, 22(1) : 3-24.
- SHACKLETON, N.J., 1969. The last interglacial in the marine and terrestrial records. *Proceed. Roy. Soc. London*, B. 174 : 135-154.
- STUIVER, M. et POLACH, H.A., 1977. Discussion - Reporting of ^{14}C data. *Radiocarbon*, 19 (3) : 355-363.